

# Effect of antiseptic agents on the surface microhardness of calcium silicate-based materials

著者	須藤 享
号	52
学位授与機関	Tohoku University
学位授与番号	歯博第884号
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/00130038">http://hdl.handle.net/10097/00130038</a>

氏 名（本籍）： 須 藤 亨（宮城県）

学 位 の 種 類： 博 士 （ 歯 学 ） 学 位 記 番 号： 歯 博 第 8 8 4 号

学位授与年月日： 令和2年3月25日 学位授与の要件： 学位規則第4条第1項該当

研究科・専攻： 東北大学大学院歯学研究科（博士課程）歯科学専攻

学位論文題目： Effect of antiseptic agents on the surface microhardness of calcium silicate based materials  
（消毒剤がケイ酸カルシウム系セメント表面硬さに与える影響）

論文審査委員： （主査）教授 鈴木 治  
准教授 高田 雄 京 教授 齋藤 正 寛

## 論文内容要旨

【目的】 ProRoot MTA（PMTA;デンツプライシロナ）を始めとするcalcium silicate based materials（CSM）は養生時に湿綿球を留置することが推奨されている。本研究では、消毒剤である2%グルコン酸クロルヘキシジン（CHX）および70%エタノール（Ethanol）と、精製水（DW）を浸漬させた湿綿球で3種類のCSM（PMTA, EndoSequence BC RRM（ERRM; Brasseler USA, USA）, Endocem MTA premixed（EMTA;ペントロンジャパン））の養生を行い、各溶液が養生後の表面硬さに与える影響を調べた。さらに、CSM表面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察した。また、PMTA表面に生成した結晶をX線回析（XRD）で分析した。

【材料および方法】 アクリル棒に形成した円柱状の窩洞に、プレミクストタイプであるEMTAとERRMはそのまま、PMTAはDWで練和し充填した。試料底面はPBSに浸し、上面には各溶液を浸漬した綿球を留置し、水硬性セメントで封鎖した。養生は37℃、湿度100%の環境下で行った。《表面硬さ試験》1週間および4週間養生後に養生面を研磨し、微小硬さ試験機（HM-102,ミットヨ）にて荷重0.01N、保持時間15secでヌープ硬さを計測した。試料数は、各CSM、溶液および養生期間について各5、計90試料。統計解析は、2元配置分散分析を用い、有意水準5%とした。《SEM観察》CSMを各溶液に浸漬し、1週間および4週間養生後に養生面をSEM（VE-8800, KEYENCE）にて観察した。《XRDによる分析》各溶液に1週間浸漬したPMTAに対し、X線回析装置（SmartLab, Rigaku）にて、Cuをターゲットとし電圧45 kV、電流200 mA、操作速度10°/minで試料表面に生成した結晶の分析を行った。

【結果】《表面硬さ試験》CHXで1週間養生後、全て硬度不足のため計測不可であった。4週間養生後には、EMTAのみ計測不可であった。Ethanolで1週間養生後、PMTAおよびEMTAでは表面硬さ

を計測できたが、ERRMでは計測不可であった。4週間養生後には、全て計測できた。統計解析は、硬度不足が起らなかったDWについてのみ行った。PMTAおよびERRMに対しEMTAは有意に硬さが小さかったが、養生期間では有意差はなかった。《SEM観察》DWでは立方体状、CHXでは薄膜状の結晶構造を認めた。Ethanolでは、綿花状の結晶構造を認めたが、PMTAとEMTAは4週間後に小さな立方体が集積した結晶構造まで成長した。《XRDによる分析》PMTAのXRDパターンは各溶液で異なった。国際回折データセンターのデータベースを参照したところ、DWとCHXのピークは酸化ビスマス、さらにDWではケイ酸カルシウム水和物と一致した。Ethanolでは一致する物質はなかった。

【考察】養生後の試料表面には硬化不良層が認められた。表面硬さ試験を行うにあたり表面研磨が必須となるため、研磨により硬化不良層が喪失することで表面硬さが計測可となった可能性が示唆された。また、この硬化不良層により他材料との接着不良が起きることも考えられた。

【結論】CSMにCHXおよびEthanolを接触させると硬化阻害が起こる可能性があるため、養生時の湿綿球には精製水を用いるべきである。今後、CSM表層の硬化不良層について、除去法や接着阻害などについて検討する必要がある。

## 審査結果要旨

ProRoot MTA (PMTA;デンツプライシロナ)を始めとするcalcium silicate based materials (CSM)は養生時に湿綿球を留置することが推奨されている。本研究では、消毒剤である2%グルコン酸クロルヘキシジン (CHX) および70%エタノール (Ethanol) と、精製水 (DW) を浸漬させた湿綿球で3種類のCSM (PMTA, EndoSequence BC RRM (ERRM; Brasseler USA, USA)), Endocem MTA premixed (EMTA;ペントロンジャパン) の養生を行い、各溶液が養生後の表面硬さに与える影響を調べた。さらに、CSM表面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。また、PMTA表面に生成した結晶をX線回折 (XRD) で分析した。

本研究では、表面硬さ試験においてCHXで1週間養生後、全て硬度不足のため計測不可であった。4週間養生後には、EMTAのみ計測不可であった。Ethanolで1週間養生後、PMTAおよびEMTAでは表面硬さを計測できたが、ERRMでは計測不可であった。4週間養生後には、全て計測できた。統計解析は、硬度不足が起らなかったDWについてのみ行った。PMTAおよびERRMに対しEMTAは有意に硬さが小さかったが、養生期間では有意差はなかった。またSEM観察において、DWでは立方体状、CHXでは薄膜状の結晶構造を認めた。Ethanolでは、綿花状の結晶構造を認めたが、PMTAとEMTAは4週間後に小さな立方体が集積した結晶構造まで成長した。XRDによる分析ではPMTAのXRDパターンは各溶液で異なった。国際回折データセンターのデータベースを参照したところ、DWとCHXのピークは酸化ビスマス、さらにDWではケイ酸カルシウム水和物と一致した。Ethanolでは一致する物質はなかった。このことから養生後の試料表面には硬化不良層が認められた。表面硬さ試験を行うにあたり表面研磨が必須となるため、研磨により硬化不良層が喪失することで表面硬さが計測可となった可能性が示唆された。また、この硬化不良層により他材料との接着不良が起きることも考えられた。

本研究はCSMにCHXおよびEthanolを接触させると硬化阻害が起こる可能性があるため、養生時の湿綿球には精製水を用いるべきである。今後、CSM表層の硬化不良層について、除去法や接着阻害な

どについて検討する必要がある。

本研究の成果は、従来の検討されてこなかったCSM硬化後の表面性状に言及し、より確実な臨床の実践に発展する可能性を示唆しており、学術的意義も大きいと考えられる。本研究の成果は臨床において最適な条件でのCSMを用いた臨床結果に寄与するものであり、歯科全般の臨床領域に学術的貢献をし得ることから 博士（歯学）の学位論文として相応しいと判断する。